



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 196 25 648 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁸:
F 04 B 49/08
F 04 B 49/06
F 04 B 23/02
F 04 B 37/10
G 05 D 16/14
G 01 N 30/36
G 01 N 30/16

②1 Aktenzeichen: 196 25 648.8
②2 Anmeldetag: 26. 6. 96
④3 Offenlegungstag: 30. 1. 97

DE 196 25 648 A 1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
28.07.95 US 508802

⑦1 Anmelder:
Hewlett-Packard Co., Palo Alto, Calif., US

⑦4 Vertreter:
Schoppe, F., Dipl.-Ing.Univ., Pat.-Anw., 82049 Pullach

⑦2 Erfinder:
Berger, Terry A., Newark, Del., US; Wilson, William H., Newark, Del., US; Kornfeld, Richard A., Cupertino, Calif., US

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Pumpsystem

⑤7 Eine komplexe Druckprogrammierung eines Fluids mit einem sehr hohen Druck wird durch ein neuartiges Pumpsystem, das eine pneumatische Verstärkerpumpe, einen Druckregler und ein elektronisches Drucksteuersystem verwendet, geliefert. Durch die elektronische Drucksteuerung, die auf ein erstes Fluid, das der Niederdruckkammer der pneumatischen Verstärkerpumpe geliefert wird, angewendet wird, kann die Hochdruckkammer der pneumatischen Verstärkerpumpe verwendet werden, um ein zweites Fluid mit einem Druck zu liefern, der zur Verwendung bei der Feststoffphasenextraktion und bei überkritischen Fluidanwendungen, beispielsweise der überkritischen Fluidchromatographie (SFC) und der überkritischen Fluidextraktion (SFE), geeignet ist.

DE 196 25 648 A 1

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf Analysegeräte und insbesondere auf Pumpsysteme zur Verwendung in Analysegeräten.

Fluide mit einem hohen Druck können als Lösungsmittel in Geräten zum Durchführen einer Extraktion, einer Chromatographie und anderer verwandter Prozesse verwendet werden. Ein solches Fluid wurde als ein überkritisches Fluid charakterisiert, das als eine hybride Mischung eines Gases und einer Flüssigkeit, das eine Gas-artige Viskosität, eine Flüssigkeits-artige Dichte und eine Diffusität, die größer ist als die eines typischen flüssigen Lösungsmittels, aufweist, brauchbar ist. Die Flüssigkeits-artige Dichte eines überkritischen Fluids verleiht ein variables, Flüssigkeits-artiges Lösungsvermögen, das im wesentlichen eine lineare Funktion der Dichte über signifikanten Bereichen der Dichte ist. Dies ermöglicht, daß das Lösungsvermögen, das üblicherweise als eine chemische Wechselwirkung betrachtet wird, einfach durch das Einstellen eines physikalischen Parameters, nämlich der Dichte oder des Drucks, eingestellt wird.

Überkritische Fluids sind zur Verwendung für die Extraktion komplexer Matrizen gänzlich wirksam. Entweder die isolierten Materialien (das Extrakt) oder das verbleibende Material (das Raffinat) können von Interesse sein. Der Prozeß der Isolierung oder der Extraktion von Feststoffen durch dichte Gase oder überkritische Fluide wird als eine überkritische Fluidextraktion (SFE; SFE = supercritical fluid extraction) bezeichnet. Das Chromatographieverfahren, das mobile Phasen verwendet, die dichte Gase sind, ist als überkritische Fluidchromatographie (SFC; SFC = supercritical fluid chromatography) charakterisiert. Bei der SFC ist die mobile Phase ein Fluid, das Temperaturen und Drücken im allgemeinen nahe des kritischen Punkts desselben unterworfen wird. Fluide bei diesen Bedingungen weisen Dichten auf, die viel näher an denen von Flüssigkeiten sind, jedoch häufig Charakteristika einer größeren Lösungsprodukt-diffusion als Flüssigkeiten zeigen. Die SFC wird folglich manchmal als ein notwendiges Zwischenglied zwischen der Gaschromatographie (GC; GC = gas chromatography) und der Flüssigchromatographie (LC; LC = liquid chromatography) betrachtet.

Das Pumpsystem ist eine der aufwendigsten Komponenten in einem Analysegerät, das Fluide bei einem hohen Druck verwendet. Beispielsweise ist die Geräteausrüstung zum Durchführen einer SFC aufgrund der Anforderungen für einen Betrieb bei sehr hohen Drücken viel aufwendiger herzustellen als die Geräteausrüstung für das Durchführen einer GC. Eine herkömmliche Geräteausrüstung für das Durchführen einer Kapillar-SFC arbeitet typischerweise zwischen 70×10^5 Pascal (70 Bar) und 600×10^5 Pascal (600 Bar). Im Gegensatz dazu wird ein typischer Gaschromatograph mit einer Druckprogrammierungsfähigkeit im allgemeinen bei Drücken von weniger als 10×10^5 Pascal (10 Bar) betrieben. Folglich haben die relativ hohen Kosten der SFC-Geräteausrüstung viele mögliche Benutzer davon abgehalten, eine SFC durchzuführen.

Die Entwicklung geeigneter Hochdruck-Pumpsysteme verfolgte allgemein drei eindeutig unterschiedliche Entwürfe: pneumatische Verstärker, einen sich hin- und her-bewegenden Kolben und eine Spritze.

Eine pneumatische Verstärkerpumpe weist einen Kolben auf, der zwischen zwei benachbarten Pumpenkammern (einer Niederdruckkammer und einer Hoch-

druckkammer) angebracht ist. Die Kammern weisen unterschiedliche Kolbenquerschnittsflächen auf und bieten daher einen Druckverstärkungsfaktor. Zwei bekannte Verfahren zum Füllen der Niederdruckkammer sind: (a) das Liefern eines Gasdrucks, der von einer Hochdruck-Gaskammer oder einer Luftpumpe geregelt wird, und (b) das Liefern eines Wasserdrucks von einer Hochdruck-LC-Pumpe, beispielsweise einer Pumpe mit einem sich hin- und her-bewegenden Kolben. Jedoch war das erstgenannte Verfahren bisher in seiner Verwendung auf einen isobaren Betrieb begrenzt; folglich sind die Druck-Programmierungen, die für SFE- und SFC-Anwendungen notwendig sind, schwierig zu implementieren. Die Verwendung einer Pumpe mit sich hin- und her-bewegendem Kolben bei dem letztgenannten Verfahren, um Wasser zu der Niederdruckkammer zu liefern, ermöglicht eine Drucksteuerung des SFC-Fluids in der Hochdruckkammer des Verstärkers. Jedoch war eine derartige Verwendung einer Pumpe mit sich hin- und her-bewegendem Kolben schwerwiegend durch die Ansprechgeschwindigkeit derselben auf Druckänderungen und die Rate des rampenmäßigen Erhöhen und Absenkens des Drucks begrenzt.

Pumpen mit sich hin- und her-bewegenden Kolben, die Einfach-, Zweifach- oder Dreifach-Pumpenköpfe enthalten, wurden für SFC-Anwendungen modifiziert. Ein Einfach-Pumpenkopf-System mit einem Pulsdämpfer wurde für isokratische SFC-Anwendungen mit offener, röhrenförmiger Säule und Mikrodurchmesser-Füllkörpersäule verwendet, bei denen geringe Flußraten und kleine Druckpulse mit einem kleinen Dämpfer und einer Säule gedämpft werden können. Jedoch ist für diese und andere Anwendungen die typische Hin- und Her-Bewegungspumpe geräuschvoll, erfordert eine beträchtliche Pulsdämpfung an ihrem Ausgang und erfordert üblicherweise eine Einrichtung zum Kühlen des Pumpenkopfs.

Eine Spritzenpumpe ist folglich das am verbreitetsten verwendete Fluidliefersystem zum Durchführen einer SFE und einer SFC. Jedoch zeigt die typische Spritzenpumpe eine lange und häufige Nachfüllzeit; erfordert einen aufwendigen, leistungsstarken Motor und eine Motortreiber-Leistungsversorgung und weist viele Teile auf, die eine Wartung benötigen. Die Spritzenpumpe ist viel aufwendiger herzustellen und zu betreiben, als es erwünscht ist.

Es ist die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein wenig aufwendiges Pumpsystem zu schaffen, das zur Benutzung bei Anwendungen von Hochdruckfluiden auf analytische Verfahren, beispielsweise die SFE oder die SFC, geeignet ist.

Diese Aufgabe wird durch ein Pumpsystem gemäß Anspruch 1 gelöst.

Es ist ferner eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, Analysegeräte zu schaffen, die ein derartiges Pumpsystem verwenden.

Diese Aufgabe wird durch die Ansprüche 10, 15 und 19 gelöst.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zum Liefern eines Hochdruckfluids zu schaffen.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren gemäß Anspruch 20 gelöst.

Gemäß einem ersten Aspekt der vorliegenden Erfindung wurde herausgefunden, daß eine komplexe Druckprogrammierung eines Fluids bei sehr hohen Drücken durch ein neuartiges Pumpsystem geliefert werden kann, das eine pneumatische Verstärkerpumpe, einen

Druckregler und ein elektronisches Drucksteuersystem verwendet. Die elektronische Drucksteuerung wird auf ein erstes Fluid angewendet, derart, daß das Vorliegen des ersten Fluids mit einem ersten Fluidruck in einer Niederdruckkammer der pneumatischen Verstärkerpumpe ermöglicht, daß eine Menge eines zweiten Fluids, das in einer Hochdruckkammer der pneumatischen Verstärkerpumpe vorliegt, auf einen Druck komprimiert wird, der beispielsweise zur Verwendung bei überkritischen Fluidanwendungen geeignet ist. Es wurde herausgefunden, daß eine solche Druckprogrammierung die Ausgangsdrücke erreicht oder überschreitet, die durch ein herkömmliches Hochdruck-Fluidpumpensystem (beispielsweise eine Spritzenpumpe) geliefert werden, jedoch bei einem geringeren Aufwand und mit einer größeren Zuverlässigkeit.

Gemäß einem zweiten Aspekt der vorliegenden Erfindung wurde herausgefunden, daß das vorher genannte Pumpsystem ohne weiteres und aufwendungsarm zur Verwendung in einem Kapillar-SFC-Gerät zur Durchführung einer schnellen Trennung relativ nicht-flüchtiger und labiler Verbindungen angepaßt werden kann. Das bevorzugte Ausführungsbeispiel des SFC-Geräts verwendet Kapillar-SFC-Säulen.

Gemäß einem dritten Aspekt der vorliegenden Erfindung wurde herausgefunden, daß das vorher genannte Pumpsystem in einem Gerät zum Durchführen einer überkritischen Fluidextraktion einer Komponente aus einer Probe verwendet werden kann.

Gemäß einem vierten Aspekt der vorliegenden Erfindung wurde herausgefunden, daß das vorher genannte Pumpsystem in einem Gerät zum Durchführen einer Feststoffphasenextraktion einer Komponente aus einer Probe verwendet werden kann.

Das bevorzugte Ausführungsbeispiel eines Pumpensystems kann gemäß der vorliegenden Erfindung aufgebaut sein, um eine pneumatische Verstärkerpumpe und ein elektronisches Drucksteuersystem zum Erfassen des Drucks eines ersten Fluids, das zu einer Niederdruckkammer in der pneumatischen Verstärkerpumpe geliefert wird, aufzuweisen. Der Druck des ersten Fluids wird folglich direkt auf einen Einstellungspunkt-Druck gesteuert. Der Druck des ersten Fluids kann entsprechend einem Druckprogramm, das in dem elektronischen Drucksteuersystem implementiert ist, auf dem Einstellungspunkt gehalten werden. Eine Menge eines zweiten Fluids, das in eine Hochdruckkammer in dem Pumpsystem geliefert ist, wird dadurch gemäß dem Verstärkungsfaktor der pneumatischen Verstärkerpumpe auf einen zweiten Fluidruck unter Druck gesetzt. Daher wird der zweite Fluidruck indirekt durch das elektronische Drucksteuersystem bei der direkten Steuerung des ersten Fluiddrucks desselben gesteuert.

Das betrachtete Pumpsystem kann in ein SFC-Gerät integriert sein, bei dem das unter Druck gesetzte zweite Fluid zu einer Einspritzvorrichtung zum Empfangen einer Probe geleitet werden kann, wobei ein Gemisch der Probe und des unter Druck gesetzten zweiten Fluids dann zu dem Einlaß einer Trennungssäule geliefert werden kann. Probenkomponenten, die an dem Säulenauslaß eluiert werden, sind dann durch einen Detektor erfassbar.

Das betrachtete Pumpsystem kann in ein SFE-Gerät integriert sein, bei dem das unter Druck gesetzte zweite Fluid zu einem Extraktionsabschnitt zum Verarbeiten einer Probe geleitet wird.

Das betrachtete Pumpsystem kann in ein Feststoffphasen-Extraktionsgerät integriert sein, bei dem das un-

ter Druck gesetzte zweite Fluid zu einem Extraktionsabschnitt zum Sammeln einer Probe geleitet werden kann.

Bevorzugte Ausführungsbeispiele der vorliegenden Erfindung werden nachfolgend bezugnehmend auf die beiliegenden Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung eines neuartigen Pumpsystems, das gemäß der vorliegenden Erfindung aufgebaut ist;

Fig. 2A eine schematische Darstellung eines Geräts, das das Pumpsystem von Fig. 1 zum Durchführen einer Kapillar-SFC verwendet;

Fig. 2B eine schematische Darstellung eines Geräts, das das Pumpsystem von Fig. 1 zum Durchführen einer überkritischen Fluidextraktion verwendet;

Fig. 2C und 2D schematische Darstellungen jeweiliger Geräte, die das Pumpsystem von Fig. 1 zum Durchführen mehrerer, gleichzeitiger, überkritischer Fluidextraktionen verwenden;

Fig. 2E eine schematische Darstellung eines Geräts, das das Pumpsystem von Fig. 1 zum Durchführen einer Feststoffphasenextraktion verwendet;

Fig. 3 eine schematische Darstellung einer pneumatischen Verstärkerpumpe, die in dem System von Fig. 1 betreibbar ist; und

Fig. 4 eine schematische Darstellung eines elektronischen Drucksteuersystems zum Bewirken einer elektronischen Drucksteuerung des Pumpensystems von Fig. 1.

Bevorzugte Ausführungsbeispiele der vorliegenden Erfindung werden nun bezugnehmend auf die Fig. 1 bis 4 beschrieben, in denen äquivalente Komponenten durch eine gleiche Nomenklatur und gleiche Bezugszeichen angezeigt sind. Zu Zwecken der Klarheit ist die schematische Darstellung von Schaltungen, die elektronische Signale tragen, in einfachen Linien dargestellt, wohingegen Fluid-führende Kanäle in doppelten Linien angezeigt sind.

Wie in Fig. 1 gezeigt ist, kann gemäß einem speziellen Merkmal der vorliegenden Erfindung ein neuartiges Pumpsystem aufgebaut sein, um einen ersten Fluidvorrat 10A aufzuweisen, der vorzugsweise ein Hochdruckvorrat in der Form eines Hochdruck-Gaszylinders aus komprimiertem Gas oder eine Luftpumpe ist. Der erste Fluidvorrat 10A liefert ein Gas, beispielsweise komprimierte Luft oder Stickstoff, durch einen Flußwiderstand 11 zu einer pneumatischen Verstärkerpumpe 12. Ein elektronisches Drucksteuersystem (EPC-System; EPC = electronic pressure control) 14 ist vorgesehen, um einen Druckregler 14A zum Zweck des Einführens eines ersten gesteuerten Drucks in dem ersten Fluid zu steuern. Die pneumatische Verstärkerpumpe 12 empfängt eine Menge des ersten Fluids mit dem ersten Fluidruck und eine Menge eines zweiten Fluids aus einem zweiten Fluidvorrat 10B. D.h., daß durch den Betrieb des EPC-Systems, um den ersten Fluidruck zu steuern und die Aktivierung eines Schaltventils in der pneumatischen Verstärkerpumpe 12 zu steuern, bewirkt werden kann, daß das erste und das zweite Fluid jeweilige Nieder- und Hoch-Druckkammern in der pneumatischen Verstärkerpumpe 12 füllen. Der Druck des ersten Fluids in der pneumatischen Verstärkerpumpe 12 bewirkt, daß das zweite Fluid auf einen gewünschten zweiten Fluidruck unter Druck gesetzt wird. Der Fluß des zweiten Fluids aus der Pumpe 12, nachdem dasselbe einer solchen gesteuerten Unterdrucksetzung unterworfen wurde, wird hierin als das unter Druck gesetzte zweite Fluid betrachtet.

Speziell die gewünschten Drücke des ersten und des

zweiten Fluids sind entsprechend einem Druckprofil, das für das erste Fluid durch das EPC-System 14 erzeugt und angewendet wird, programmierbar. In anderen Worten heißt das, daß die Druckprogrammierung, die durch das EPC-System 14 direkt auf das erste Fluid angewendet wird, verwendet wird, um den Druck des zweiten Fluids indirekt zu steuern.

Das bevorzugte Pumpsystem weist einen Drucksensor 20 auf, um ein Druckinformationssignal zu erzeugen, das den Druck des ersten Fluids, das der pneumatischen Verstärkerpumpe 12 geliefert wird, darstellt, oder alternativ einen Drucksensor 20A, um ein Druckinformationssignal zu erzeugen, das das unter Druck gesetzte zweite Fluid wie es zu der Einspritzvorrichtung 16 geliefert wird, darstellt. Da die Sensoren 20 oder 20A Faktoren, beispielsweise Temperaturänderungen oder einer Vibration, unterworfen sein können, ist ein Festkörper-Drucksensor bevorzugt, um eine Temperaturkompensationsschaltung mit einer digitalen Steuerung für eine genaue Drucksteuerung ohne den Bedarf nach einer Kalibrierung zu kombinieren.

Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel ist der Druckregler 11A in der Form eines Modulations-Steuerventils vorgesehen, wobei das EPC-System 14 verwendet wird, um zu bewirken, daß die Öffnungszeit einer Öffnung in dem Ventil moduliert wird. Bei einem Ausführungsbeispiel, bei dem der Druckregler 14A in der Form eines Proportionalsteuerventils vorgesehen ist, wird das EPC-System 14 alternativ verwendet, um zu bewirken, daß der Öffnungsbetrag einer Öffnung in dem Ventil moduliert wird. Folglich ist der Druckregler 14A vorzugsweise in der Form eines Hochdruckventils vorgesehen.

Bei dem dargestellten Ausführungsbeispiel wird das Druckinformationssignal zu dem EPC-System 14 geliefert, um eine Vorwärtsdruckregelung des ersten Fluids zu liefern. Andere Betriebsarten der Druckregelung des ersten Fluids werden durch die vorliegende Erfindung ebenfalls betrachtet.

Ein Pumpsystem, das gemäß der vorliegenden Erfindung aufgebaut ist, bietet einen Vorteil gegenüber den Pumpsystemen, die in herkömmlichen SFE- und SFC-Systemen verwendet werden, da zum ersten Mal die Implementierung von einem oder mehreren gewünschten Drücken eines überkritischen Fluids elektronisch bei dem Betrieb einer pneumatischen Verstärkerpumpe implementiert sein kann. Eine derartige Regelung wird primär in dem EPC-System 14 erreicht, das später hierin beschrieben wird, bei dem ein Druckeinstellungspunkt und eine Steuerspannung eingerichtet und verwendet werden, um den Druckregler 14A zu steuern.

Bezugnehmend auf Fig. 2A ist zu erkennen, daß ein Gerät 100 zum Durchführen einer SFC aufgebaut sein kann, bei dem das unter Druck gesetzte zweite Fluid durch eine Einspritzvorrichtung 16 in den Einlaß einer Kapillarsäule 18 geleitet wird. Die Probe, die getrennt werden soll, wird durch ein Probenentnahmesystem, oder wie dargestellt ist durch eine Spritze 15, in die Einspritzvorrichtung 16 eingebracht, um die Probe in den Fluß des unter Druck gesetzten zweiten Fluids einzuspritzen, wodurch ein Proben-Fluid-Gemisch geliefert wird. Die Säule 18 ist in einem Ofen 24 angeordnet, der eine Temperatur in dem Proben-Fluid-Gemisch hält, die für einen überkritischen oder nahezu überkritischen Betrieb notwendig ist. Das dargestellte Gerät 100 kann dann verwendet werden, um eine schnelle Trennung der Probe in dem Proben-Fluid-Gemisch zu ermöglichen, während sich dasselbe durch die Kapillar-

säule 18 bewegt. Ein geeigneter Ofen 18 und ein EPC-System 14 sind in dem Gas-Chromatograph Model 6890 von Hewlett-Packard verfügbar.

Bei der bevorzugten Kapillarsäule 18 zum Durchführen einer Kapillar-SFC, wie sie hierin beschrieben ist, wird allgemein eine beschichtete Kapillare oder eine mikrogepackte SFC-Säulenstruktur mit einem inneren Durchmesser von weniger als etwa 500 µm verwendet. Der brauchbare Bereich des inneren Durchmessers liegt üblicherweise von etwa 25 bis 200 µm und bevorzugter von 50 bis 100 µm. Die Säulenflußrate in solchen Säulen ist im allgemeinen geringer als 10 Mikroliter pro Minute.

Der Auslaß von der Kapillarsäule 18 wird zu einem oder mehreren Analysegeräten, beispielsweise einem Detektor, geleitet, um ein Chromatogramm zu erzeugen. Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird der Auslaß von der Kapillarsäule 18 durch einen Fluidwiderstand 30 zu einem geeigneten GC-Detektor 28 geleitet. Ein geeigneter GC-Detektor ist ein Flammenionisationsdetektor (FID; FID = flame ionization detector), wie er beispielsweise in dem Gas-Chromatograph Model 6890 von Hewlett-Packard verfügbar ist.

Bezugnehmend auf Fig. 2B ist zu erkennen, daß ein SFE-Gerät 101 aufgebaut sein kann, bei dem das unter Druck gesetzte zweite Fluid durch die Pumpe 12 durch eine Probe, die in einem Extraktionsabschnitt 106 enthalten ist, gepumpt wird. Da die Probe in den Flußweg eingebettet ist, löst das unter Druck gesetzte zweite Fluid Material von der Probe und trifft nachfolgend auf einen Druckabfall an einer Beschränkungs-
108. Die Beschränkungs-
108 wirkt als eine Beschränkungs-
108, die einen Druckabfall in der Hochdrucklösung der Probenkomponenten bewirkt, derart, daß die Komponenten in dem aufgelösten Material wiedergewonnen werden, wenn dieselben aus dem sich ausdehnenden Proben-Fluid-Gemisch ausgefällt werden.

Wie bereits erwähnt wurde, kann der Sensor 20 verschiedenartig angeordnet sein, um ein Druckerfassungssignal zu dem EPC-System 14 zu liefern. Der Sensor 20 kann angeordnet sein, um zu ermöglichen, daß das EPC-System 14 den Druck des ersten Fluids in der Niederdruckkammer der Pumpe 12 überwacht. Alternativ kann der Sensor 20C wie dargestellt in einer Position strömungsmäßig oberhalb des Extraktionsabschnitts 106 verwendet sein; alternativ könnte er als Sensor 20D strömungsmäßig unterhalb des Extraktionsabschnitts 106 positioniert sein.

Bezugnehmend auf die Fig. 2C und 2D ist zu erkennen, daß jeweilige zweite und dritte bevorzugte Ausführungsbeispiele 102, 103 eines SFE-Geräts aufgebaut sein können, um gleichzeitige Extraktionen von Proben in einer Mehrzahl von Extraktionsabschnitten 106A, 106B und 106C und jeweiligen Extraktionsvorrichtungen 108A, 108B, 108C zu ermöglichen. Das SFE-Gerät 102 weist eine einzelne Pumpe 12 auf. Das SFE-Gerät 103 weist eine Mehrzahl jeweiliger Pumpen 12A, 12B und 12C auf. Jede Pumpe 12A, 12B, 12C empfängt ein erstes Fluid, das von einem jeweiligen Druckregler 14A, 14B, 14C zugeführt wird. Jeder Regler befindet sich unter der Steuerung von einem mehrerer Steuersignale von einem Mehrkanal-EPC-System 14M.

Bezugnehmend auf Fig. 2E ist zu erkennen, daß ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel 104 eines Feststoffphasen-Extraktionsgeräts aufgebaut sein kann, um gleichzeitige Extraktionen von einer oder mehreren Komponenten in mehreren Probenfluiden zu ermögli-

chen. Das Ausführungsbeispiel betrachtet eine Mehrzahl von Probenbehältern SA, SB, von denen jeder ein Probenfluid enthält, das als ein zweites Fluid für eine Unterdrucksetzung zu der Pumpe 12 geliefert werden kann. D.h., daß ein Schaltventil 111 ermöglicht, daß ein ausgewählter Strom eines Probenfluids entweder von dem Probenbehälter SA oder SB entsprechend dem Betrieb des hierin beschriebenen Pumpsystems durch die Pumpe 12 komprimiert wird.

Das unter Druck gesetzte zweite Fluid wird durch ein Schaltventil 112 zu einer ausgewählten einer Mehrzahl von Extraktionskassetten 107A, 107B, 107C geleitet. Jede Kassette 107A, 107B, 107C ist mit einem voreingestellten Feststoffphasen-Adsorptionsmaterial gefüllt, derart, daß eine oder mehrere interessierende Komponenten in dem unter Druck gesetzten zweiten Fluid (beispielsweise ein Spurenelement in einer Wasserprobe) wiedergewonnen werden kann, während der Rest des unter Druck gesetzten zweiten Fluids durch ein jeweiliges Schaltventil 109A, 109B, 109C zu einer Entsorgungsleitung W geleitet wird. Beim Unterbrechen des Flusses des zweiten Fluidstroms von den Probenbehältern SA, SB wird ein weiterer Fluß eines zweiten Fluids in der Form eines Sammelösungsmittels von einem Sammel-fluidvorrat SC geliefert, durch die Pumpe 12 komprimiert und durch das Schaltventil 112 zu der geeigneten der Extraktionskassetten 107A, 107B, 107C geleitet. Der Fluß des Sammelfluids durch die Extraktionskassette entfernt die interessierende Komponente, wobei das resultierende Gemisch über ein jeweiliges Schaltventil 109A, 109B, 109C zu einem Sammelgefäß 110A, 110B, 110C geleitet wird. Die Extraktionskassetten 107A, 107B, 107C können als mit einem geeigneten Adsorptionsmedium gepackt oder mit einer relativ inerten Matrix, die mit einem Adsorptionsmedium beschichtet oder imprägniert wurde, gefüllt aufgebaut sein. Ein Beispiel eines geeigneten Adsorptions-Mediums/Matrix ist eine Teflon-Scheibenmatrix, die mit einem Adsorptionsmaterial imprägniert ist und als eine Komponente Empore von der 3M Company aus Minneapolis, Minnesota, kommerziell erhältlich ist.

Wie durch eine zusätzliche Bezugnahme auf Fig. 3 offensichtlich wird, regelt das elektronische Drucksteuersystem (EPC-System) 14 den Druck des ersten Fluids, das zu der pneumatischen Verstärkerpumpe 12 geliefert wird, um indirekt den Druck des zweiten Fluids zu regeln. Gemäß dieser Erfindung weist die Verstärkerpumpe 12 ein erstes Fluidversorgungs-Anschlußstück 33A, das mit einer Niederdruckkammer 34 verbunden ist, ein Schaltventil 33B, das mit einer Hochdruckkammer 36 verbunden ist, einen schwimmenden Kolben 35, der Niederdruckabdichtungen 35A und Hochdruckabdichtungen 35B aufweist, und ein optionales Kühlsystem 37 auf. Wie gezeigt ist, ist der Kolben 35 in gestrichelten Linien in einer ersten Position dargestellt, die beim Einsetzen eines Kompressionszyklusses auftritt, in der das zweite Schaltventil 33B betrieben werden kann, um zu ermöglichen, daß eine Menge des zweiten Fluids die Hochdruckkammer füllt. Der Kolben 35 ist ferner in durchgezogenen Linien in einer zweiten Position gezeigt, die am Ende des Kompressionszyklusses auftritt. Zwischen dem Einsetzen und dem Ende eines Kompressionszyklusses kann das Schaltventil 33B betrieben werden, um die Hochdruckkammer 36 zu schließen, derart, daß die Menge des zweiten Fluids auf einen vorbestimmten erhöhten Druck unter Druck gesetzt wird und daher für eine Lieferung mit einem sehr hohen Druck (bei einigen Anwendungen) beispielsweise als ein überkritisches

Fluid, bereit ist.

Ein typischer Kompressionszyklus ist wie folgt zu verstehen. Das erste Fluidversorgungs-Anschlußstück 33A ermöglicht, daß die Niederdruckkammer 34 mit einem Null- oder Nieder-Druck, der durch den Regler 14A eingestellt ist, abgeglichen wird. Das Schaltventil 33A wird dann auf eine erste Position eingestellt, in der die Hochdruckkammer 36 einen Fluß des zweiten Fluids von dem zweiten Fluidvorrat 10B empfängt. Während ermöglicht ist, daß das zweite Fluid die Hochdruckkammer 36 füllt, wird der Kolben 35 in seine unterste Position getrieben. Danach wird das Schaltventil 33B geschlossen, und das EPC-System 14 bewirkt einen unter Druck gesetzten Fluß des ersten Fluids von dem Druckregler 14A zu der Niederdruckkammer 34. Der Druck des ersten Fluids multipliziert mit dem Verstärkungsfaktor bewirkt, daß der Kolben 35 das zweite Fluid in der Hochdruckkammer 36 komprimiert. Der Kolben 35 bewegt sich nach oben, bis ein vorbestimmter Druck des zweiten Fluids in der Hochdruckkammer 36 erreicht ist, woraufhin die Aufwärtsbewegung des Kolbens 35 endet.

Die Verstärkerpumpe 32 ist dann bereit, um die Menge des zweiten Fluids mit einem Druck, der entsprechend dem Druck des ersten Fluids in der Niederdruckkammer 34 und dem pneumatischen Verstärkungsfaktor (AF; $AF = \text{amplification factor}$) der pneumatischen Verstärkerpumpe 32 beibehalten ist, zu liefern. Das Verhältnis der Kolbenquerschnittsfläche an der Niederdruckkammer 34 und der Hochdruckkammer 36 ist gleich dem Druckverstärkungsfaktor von der Niederdruckkammer zu der Hochdruckkammer.

Wenn das Schaltventil in eine Fluidlieferstellung geschaltet ist, ist die Menge des zweiten Fluids, noch unter Druck, zur Verwendung in einem Analysegerät verfügbar. Während des Lieferns, und während der Kolben 35 seine Aufwärtsbewegung wieder aufnimmt, kann das EPC-System 14 in bestimmten Ausführungsbeispielen programmiert sein, um eine Steuerung des ersten Fluid-drucks beizubehalten, um einen fortgesetzten Fluß des ersten Fluids zu liefern, während das zweite Fluid aus der Hochdruckkammer 36 durch das Schaltventil 33B fließt.

Bei einem weiteren bevorzugten Ausführungsbeispiel der Erfindung bewirkt die Steuerung durch das EPC-System 14, daß der Druck des ersten Fluids in der Niederdruckkammer 34 eingestellt wird, um eine Einstellpunktsteuerung des zweiten Fluid-drucks auf einen oder mehrere vorbestimmte Einstellpunkte zu ermöglichen. Folglich kann das zweite Fluid mit einem andauernden auswählbaren Druck oder einer Reihe von Drücken geliefert werden.

Bei einer SFC-Anwendung und abhängig von dem Hohlraum der Säule 18 und der Dauer der chromatographischen Analyse setzt der Kolben 35 seine Aufwärtsbewegung fort, bis das gesamte zweite Fluid aus der Hochdruckkammer 36 ausgestoßen ist, oder bis das Schaltventil 33B in eine geschlossene Stellung geschaltet ist, oder beides. Um eine Druckdiskontinuität, oder einen Effekt, der als Welleneffekt bekannt ist, während der Rücksetzphase zu vermeiden, ist das bevorzugte Ausführungsbeispiel der Verstärkerpumpe 32 derart aufgebaut, daß: a) der maximal erwünschte Druck des zweiten Fluids durchgehend zu der Säule 18 geliefert werden kann; und b) zumindest ein Chromatogramm bei einem solchen maximalen Druck vollendet werden kann, bevor der Kolben das Ende seines Aufwärtshubs erreicht. Weitere Merkmale des Aufbaus der Verstär-

kerpumpe 32 können gemäß bekannten Grundsätzen erreicht werden; beispielsweise kann das Verhältnis der Querschnittfläche der Niederdruckkammer bezüglich der Querschnittfläche der Hochdruckkammer ausgewählt sein, um den erforderlichen Verstärkungsfaktor (AF) zu bestimmen.

Bevorzugte Verstärkungsfaktoren werden als in einem Bereich von 20 bis 500 liegend betrachtet. Das erste Fluid kann vorzugsweise bei wählbaren Drücken von bis zu 15×10^5 Pascal (15 Bar) geliefert werden; das zweite Fluid wird vorzugsweise mit Drücken bis zu 2.000×10^5 Pascal (2.000 Bar) geliefert. Wenn ein Fluß des ersten Fluids mit einem ersten Fluidruck von 10×10^5 Pascal (10 Bar) geliefert wird, und der Kolben 35 einen Verstärkungsfaktor von 100 liefert, kann daher der zweite Fluidruck auf 1.000×10^5 Pascal (1.000 Bar) eingestellt und gehalten werden.

Wie in Fig. 4 gezeigt ist, weist das EPC-System 14 vorzugsweise eine Benutzerschnittstelle 38, einen Computer 40 und eine Steuerung 42 auf. Obwohl der Computer 40 als ein einzelner Block gezeigt ist, weist ein derartiger Computer eine Zentralverarbeitungseinheit und alle zugehörigen Peripheriegeräte und andere zugehörige elektronische Komponenten auf. Als solches weist der Computer 40 einen Speicher 41 auf, in dem Informationen und die Programmierung gespeichert und durch bekannte Verfahren wiedergewonnen werden können. Ein oder mehrere zusätzliche Computer 39 können Steuer- und Datensignale zu dem Computer 40 liefern. Die Programmierung, die dem Computer 40 zugeordnet ist, welche bezüglich der vorliegenden Erfindung verwendet wird, wird in Verbindung mit der folgenden Beschreibung offensichtlich. Der Computer 40 kann ferner programmiert sein, um die Gesamtsteuerung anderer Systeme, die dem Gerät 100 oder 102 zugeordnet sind, zu halten, wie es in der Technik bekannt ist.

Die Benutzerschnittstelle 38 weist vorzugsweise eine Anzeigeeinrichtung auf. Folglich können durch den Computer 40 Anzeige- oder Aufforderungs-Meldungen erzeugt und auf der Benutzerschnittstelle 38 angezeigt werden. Eine Steuerschaltung 42 ist verwendet, um den Druckregler 14 zu steuern. Gemäß der Darstellung weist die Steuerung 42 einen zweiten Computer 44 auf, der bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel einen eingebetteten Mikroprozessor und seine zugeordneten Peripheriekomponenten aufweist.

Informationen können durch den Benutzer mittels der Benutzerschnittstelle 38 oder von weiteren Computern 39 eingegeben werden. Der Computer 40 ist wirksam, um die eingegebenen Informationen für einen späteren Zugriff durch den Computer 44 in dem Speicher 41 zu speichern. Anfangsparameter, die sich auf das Druckprofil beziehen, das während der Analyse durch den Druckregler 14A bewirkt wird, können eingegeben werden. Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird ein gewünschter Druck für einen gegebenen Zeitpunkt während der Analyse hinsichtlich bestimmter Systembetriebsparameter durch den Computer 40 berechnet. Folglich wird die vorliegende Erfindung, die den berechneten gewünschten Druck berücksichtigt, verwendet, um ein Steuersignal zu liefern.

Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird der erste Fluidfluß einer elektronischen Proportionaldrucksteuerung unterworfen. Der Druckregler 14A ist folglich als ein Proportionalsteuerventil aufgebaut, um inkremental zu öffnen oder zu schließen, um einen gewünschten Druck beizubehalten, wobei die Änderung der Öffnungsfläche näherungsweise proportional zu der

Änderung der Steuerspannung, die an das Ventil angelegt wird, ist. Bei dem vorwärtsgeregelten System, wie es in Fig. 1 gezeigt ist, ist der Drucksensor 20 strömungsmäßig unterhalb des Druckreglers 14A angeordnet. Wenn der stromabwärtige Druck leicht ansteigt, wird die Drucksensorspannung ansteigen. Diese Spannung wird über eine geeignete Signalleitung zu der EPC-Steuerung 42, durch einen Analog/Digital-Wandler (A/D-Wandler) 50 und in eine digitale Steuerschaltung 44 übertragen. Als Reaktion wird eine neue und etwas geringere Steuerspannung zu dem Druckregler 14A zurückgegeben. Das erzeugte Steuersignal kann eine digitale Form aufweisen und kann folglich durch den Digital/Analog-Wandler 46 in eine analoge Form umgewandelt und vor der Übertragung zu dem Druckregler 14A durch den Verstärker 48 geeignet verstärkt werden. Die offene Fläche des Ventils wird leicht reduziert, was einen etwas kleineren Fluß durch den Druckregler 14A und einen etwas geringeren Druck an dem Drucksensor 20 zur Folge hat. Dieses Rückkopplungsverfahren findet mit einer relativ hohen Frequenz statt, was eine sehr glatte und wiederholbare Drucksteuerung des ersten Fluids, das der pneumatischen Verstärkerpumpe 12 zugeführt wird, zur Folge hat.

Systembetriebsparameter und Systemvorrichtungsparameter können ebenfalls über die Benutzerschnittstelle 38 in den Computer 40 eingegeben werden. Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel können die Systembetriebsparameter Informationen enthalten, die das gewünschte Druckprofil des unter Druck gesetzten zweiten Fluids, die Identifizierung des Typs oder der Zusammensetzung des verwendeten Fluids, den Säulenauslaßdruck oder die Viskosität, die einem ersten Fluid und/oder einem zweiten Fluid zugeordnet sind, darstellen, wenn derartige Informationen nicht bereits in dem Speicher 41 des Computers 40 vorliegen. Derartige Informationen würden die absolute Viskosität des speziellen Fluids für verschiedene Temperaturen enthalten. Der Temperaturbereich, über den eine solche Viskosität gegeben wäre, entspricht direkt dem Temperaturbereich oder dem Temperaturprofil, das durch den Ofen 24 geliefert werden soll. Die Systemvorrichtungsparameter würden die Länge und den Durchmesser der Säule 18 und die Charakteristika der Beschränkungsvorrichtung 108, usw., enthalten. Der Computer 40 kann den Benutzer auffordern, Daten, die sich auf die verschiedenen Betriebsparameter beziehen, auf der Benutzerschnittstelle 38 einzugeben.

Es ist offensichtlich, daß das erste Fluid aus einem großen Bereich von Gasen und Flüssigkeiten, beispielsweise Luft, Stickstoff, Helium, Wasser und einem hydraulischen Fluid ausgewählt werden kann. Es ist offensichtlich, daß das zweite Fluid aus reinen Fluiden, modifizierten Fluiden oder Tertiärfluiden, die Additive enthalten, ausgewählt sein kann. Als Beispiele umfassen reine Fluide folgende: Methanol oder einen anderen Alkohol, Ethanol, Stickstoff, Helium, Kohlendioxid, Stickoxid, Schwefelhexafluorid und Trifluormethan. Modifizierte Fluide umfassen folgende: Methanol oder einen anderen Alkohol, Acetonitril, Tetrahydrofuran, Hexan oder andere Gemische mit einem der Fluide, die oben unter reinen Fluiden genannt sind. Modifizierte Fluide können mehr als einen Modifizierstoff, mehr als ein Hauptfluid oder sowohl mehr als einen Modifizierstoff und mehr als ein Fluid enthalten. Tertiärfluide können beliebige der Gemische der oben genannten modifizierten Fluide mit dem Zusatz polarer Additive, beispielsweise Trifluoracetatsäure, Isopropylamin oder ei-

nen Grundstoff anderer, die in der Literatur genannt sind, enthalten.

Patentansprüche

1. Pumpsystem zum Liefern eines Hochdruckfluids mit folgenden Merkmalen:
 einem elektronischen Drucksteuersystem (14) zum Liefern eines Steuersignals gemäß einem Druckprogramm;
 einer ersten und einer zweiten Fluidversorgungseinrichtung (10A, 10B) zum Liefern eines jeweiligen ersten und zweiten Fluids;
 einem Druckregler (14A) zum Empfangen des ersten Fluids und des Steuersignals und als Reaktion zum Bewirken eines ersten Fluiddrucks in dem ersten Fluid; und
 einer pneumatischen Verstärkerpumpe (12), die einen Verstärkungsfaktor aufweist und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des zweiten Fluids aufweist;
 wobei das Vorliegen des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck in der pneumatischen Verstärkerpumpe bewirkt, daß die Menge des zweiten Fluids in der pneumatischen Verstärkerpumpe gemäß dem Verstärkungsfaktor unter Druck gesetzt wird; und
 wodurch das unter Druck gesetzte zweite Fluid als das Hochdruckfluid geliefert wird.
2. Pumpsystem gemäß Anspruch 1, das ferner einen Sensor (20, 20A) zum Erfassen zumindest entweder des ersten Fluiddrucks oder des Drucks des unter Druck gesetzten zweiten Fluids und zum Liefern eines jeweiligen Datensignals zu dem elektronischen Drucksteuersystem aufweist, wobei der erste Fluiddruck als Reaktion auf das Datensignal bewirkt wird.
3. Pumpsystem gemäß Anspruch 1 oder 2, bei dem die pneumatische Verstärkerpumpe (12) ferner eine Niederdruckkammer (34) zum Empfangen des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck und eine Hochdruckkammer (36) zum Empfangen des zweiten Fluids sowie einen Kolben (35), der in der Niederdruckkammer und der Hochdruckkammer beweglich ist, aufweist.
4. Pumpsystem gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem der Druckregler (14A) ferner ein Ventil, das auf das Steuersignal anspricht, aufweist.
5. Pumpsystem gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, bei dem das erste Fluid ein Gas ist, und die erste Fluidversorgungseinrichtung ferner eine Hochdruck-Gaskammer aufweist.
6. Pumpsystem gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem das zweite Fluid aus folgender Gruppe ausgewählt ist:
 reine Fluids, modifizierte Fluids und Tertiärfluids, die Additive enthalten.
7. Pumpsystem gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, bei dem der erste Fluiddruck zwischen 1×10^5 Pascal und 15×10^5 Pascal (1 und 15 Bar) liegt.
8. Pumpsystem gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, bei dem der zweite Fluiddruck mit einem Druck von zwischen 1×10^5 und 2.000×10^5 Pascal (1 und 2.000 Bar) bewirkt wird.
9. Pumpsystem gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, bei dem das elektronische Drucksteuersystem (14)

ferner eine Einrichtung (40, 41) zum Bestimmen des Druckprogramms aufweist.

10. Gerät zum Durchführen einer überkritischen Fluidchromatographie bezüglich einer Probe mit folgenden Merkmalen:

- einem Pumpsystem (100) zum Liefern eines überkritischen Fluids, das folgende Merkmale aufweist:
 ein elektronisches Drucksteuersystem (14) zum Liefern eines Steuersignals gemäß einem Druckprogramm;
 eine erste und eine zweite Fluidversorgungseinrichtung (10A, 10B) zum Liefern eines jeweiligen ersten und zweiten Fluids;
 einen Druckregler (14A) zum Empfangen des ersten Fluids und des Steuersignals und als Reaktion zum Bewirken eines ersten Fluiddrucks in dem ersten Fluid; und
 eine pneumatische Verstärkerpumpe (12), die einen Verstärkungsfaktor aufweist und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des zweiten Fluids aufweist;
 wobei das Vorliegen des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck in der pneumatischen Verstärkerpumpe bewirkt, daß die Menge des zweiten Fluids in der pneumatischen Verstärkerpumpe entsprechend dem Verstärkungsfaktor unter Druck gesetzt wird; wodurch das unter Druck gesetzte zweite Fluid als ein überkritisches Fluid geliefert wird;
- einer Einspritzeinrichtung (16) zum Kombinieren der Probe und des überkritischen Fluids in einem Proben-Fluid-Gemisch;
- einer Trennsäule (18) zum Empfangen des Proben-Fluid-Gemisches und zum Eluieren einer Probenkomponente; und
 einem Detektor (28), zum Bestimmen des Vorliegens der Probenkomponente.
11. Gerät gemäß Anspruch 10, bei dem die Trennsäule ferner eine Kapillarsäule aufweist.
12. Gerät gemäß Anspruch 11, bei dem die Kapillarsäule ferner einen inneren Durchmesser in dem Bereich von 25 bis 200 μm aufweist.
13. Gerät gemäß einem der Ansprüche 10 bis 12, das ferner einen Sensor zum Erfassen zumindest entweder des ersten oder des zweiten Fluiddrucks und zum Liefern eines jeweiligen Datensignals zu dem elektronischen Drucksteuersystem aufweist, wobei der zweite Fluiddruck als Reaktion auf das Datensignal bewirkt wird.
14. Gerät gemäß einem der Ansprüche 10 bis 13, bei dem der zweite Fluiddruck mit einem Druck von zwischen 1×10^5 und 2.000×10^5 Pascal (1 und 2.000 Bar) geliefert wird.
15. Gerät zum Durchführen einer überkritischen Fluidextraktion einer Komponente in einer Probe mit folgenden Merkmalen:
 einem Pumpsystem (101) zum Liefern eines überkritischen Fluids, das folgende Merkmale aufweist:
 ein elektronisches Drucksteuersystem (14) zum Liefern eines Steuersignals gemäß einem Druckprogramm;
 eine erste und eine zweite Fluidversorgungseinrichtung (10A, 10B) zum Liefern eines jeweiligen ersten und zweiten Fluids;
 einen Druckregler (14A) zum Empfangen des ersten Fluids und des Steuersignals und als Reaktion zum Bewirken eines ersten Fluiddrucks in dem er-

sten Fluid; und
 eine pneumatische Verstärkerpumpe (12), die einen Verstärkungsfaktor aufweist und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des zweiten Fluids aufweist;
 wobei das Vorliegen des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck in der pneumatischen Verstärkerpumpe bewirkt, daß die Menge des zweiten Fluids in der pneumatischen Verstärkerpumpe entsprechend dem Verstärkungsfaktor unter Druck gesetzt wird; wodurch das unter Druck gesetzte zweite Fluid als ein überkritisches Fluid geliefert wird; einem Extraktionsabschnitt (106) zum Empfangen der Probe und des überkritischen Fluids und zum Auflösen der Probe in dem überkritischen Fluid, um ein Proben-Fluid-Gemisch zu bilden; und einer Beschränkungsvorrichtung (108) zum Empfangen des Proben-Fluid-Gemisches und zum Wiedergewinnen der Komponente der Probe.
 16. Gerät gemäß Anspruch 15, das ferner einen Sensor zum Erfassen zumindest entweder des ersten oder des zweiten Fluiddrucks und zum Liefern eines jeweiligen Datensignals zu der elektronischen Drucksteuereinrichtung aufweist, wobei der zweite Fluiddruck als Reaktion auf das Datensignal bewirkt wird.
 17. Gerät gemäß Anspruch 15 oder 16, das ferner eine Mehrzahl von Extraktionsabschnitten aufweist, die wirksam mit dem Pumpsystem verbunden sind, wobei der zweite Fluidfluß zu der Mehrzahl von Extraktionsabschnitten geliefert wird, wodurch eine Mehrzahl von Extraktionen gleichzeitig durchgeführt werden können.
 18. Gerät gemäß einem der Ansprüche 15 bis 17, bei dem das elektronische Drucksteuersystem eine Mehrzahl von Steuersignalen liefert, und das ferner eine Mehrzahl von jeweiligen pneumatischen Verstärkerpumpen, Druckreglern und Extraktionsabschnitten aufweist, wobei jeder der pneumatischen Verstärkerpumpen ein erster Fluidfluß von einem jeweiligen Regler mit einem jeweiligen Druck, der gemäß einem der Steuersignale bestimmt ist, geliefert wird, und wobei jede der pneumatischen Verstärkerpumpen wirksam ist, um einen jeweiligen zweiten Fluidfluß zu einem ausgewählten der Mehrzahl von Extraktionsabschnitten zu liefern, wodurch eine Mehrzahl von Extraktionen gleichzeitig durchgeführt werden kann.
 19. Gerät zum Durchführen einer Feststoffphasenextraktion einer Komponente in einer Probe mit folgenden Merkmalen:
 einem Pumpsystem (102) zum Liefern eines Hochdruckfluids, das folgende Merkmale aufweist:
 ein elektronisches Drucksteuersystem (14) zum Liefern eines Steuersignals gemäß einem Druckprogramm;
 eine erste und eine zweite Fluidversorgungseinrichtung (10A, 10B) zum Liefern eines jeweiligen ersten und zweiten Fluids;
 einen Druckregler (14A) zum Empfangen des ersten Fluids und des Steuersignals und als Reaktion zum Bewirken eines ersten Fluiddrucks in dem ersten Fluid; und
 eine pneumatische Verstärkerpumpe (12), die einen Verstärkungsfaktor aufweist und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des ersten Fluids mit

dem ersten Fluiddruck und eine Einrichtung zum Empfangen einer Menge des zweiten Fluids aufweist;
 wobei das Vorliegen des ersten Fluids mit dem ersten Fluiddruck in der pneumatischen Verstärkerpumpe bewirkt, daß die Menge des zweiten Fluids in der pneumatischen Verstärkerpumpe entsprechend dem Verstärkungsfaktor unter Druck gesetzt wird; wodurch das unter Druck gesetzte zweite Fluid als ein Hochdruckfluid geliefert wird; und einer Extraktionskassette (106A, 106B, 106C), die ein Adsorptionsmedium in derselben aufweist, zum Empfangen des Hochdruckfluids und zum Extrahieren der Komponente in das Adsorptionsmedium.
 20. Verfahren zum Liefern eines Hochdruckfluids mit folgenden Merkmalen:
 Liefern eines elektronischen Drucksteuersignals gemäß einem Druckprogramm;
 Liefern eines ersten und eines zweiten Fluids von einer jeweiligen ersten und zweiten Fluidversorgungseinrichtung;
 Regeln des Drucks des ersten Fluids gemäß dem Steuersignal, um einen ersten Fluiddruck in dem ersten Fluid zu bewirken;
 Bereitstellen einer pneumatischen Verstärkerpumpe mit einer Niederdruckkammer und einer Hochdruckkammer;
 Leiten des zweiten Flusses in die Hochdruckkammer;
 Leiten des ersten Flusses mit dem ersten Fluiddruck in die Niederdruckkammer, um einen zweiten Fluiddruck in dem zweiten Fluid zu bewirken, wodurch das zweite Fluid unter Druck gesetzt wird; und
 Liefern des unter Druck gesetzten zweiten Fluids als das Hochdruckfluid.

Hierzu 8 Seite(n) Zeichnungen

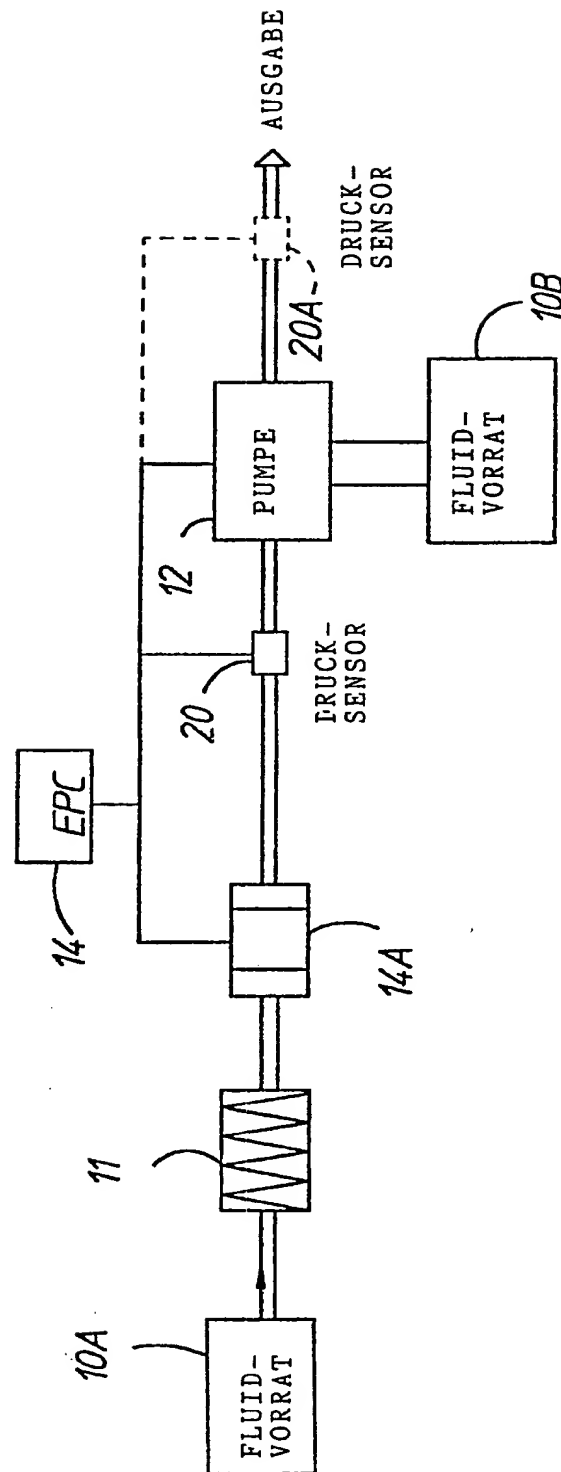


FIG 1

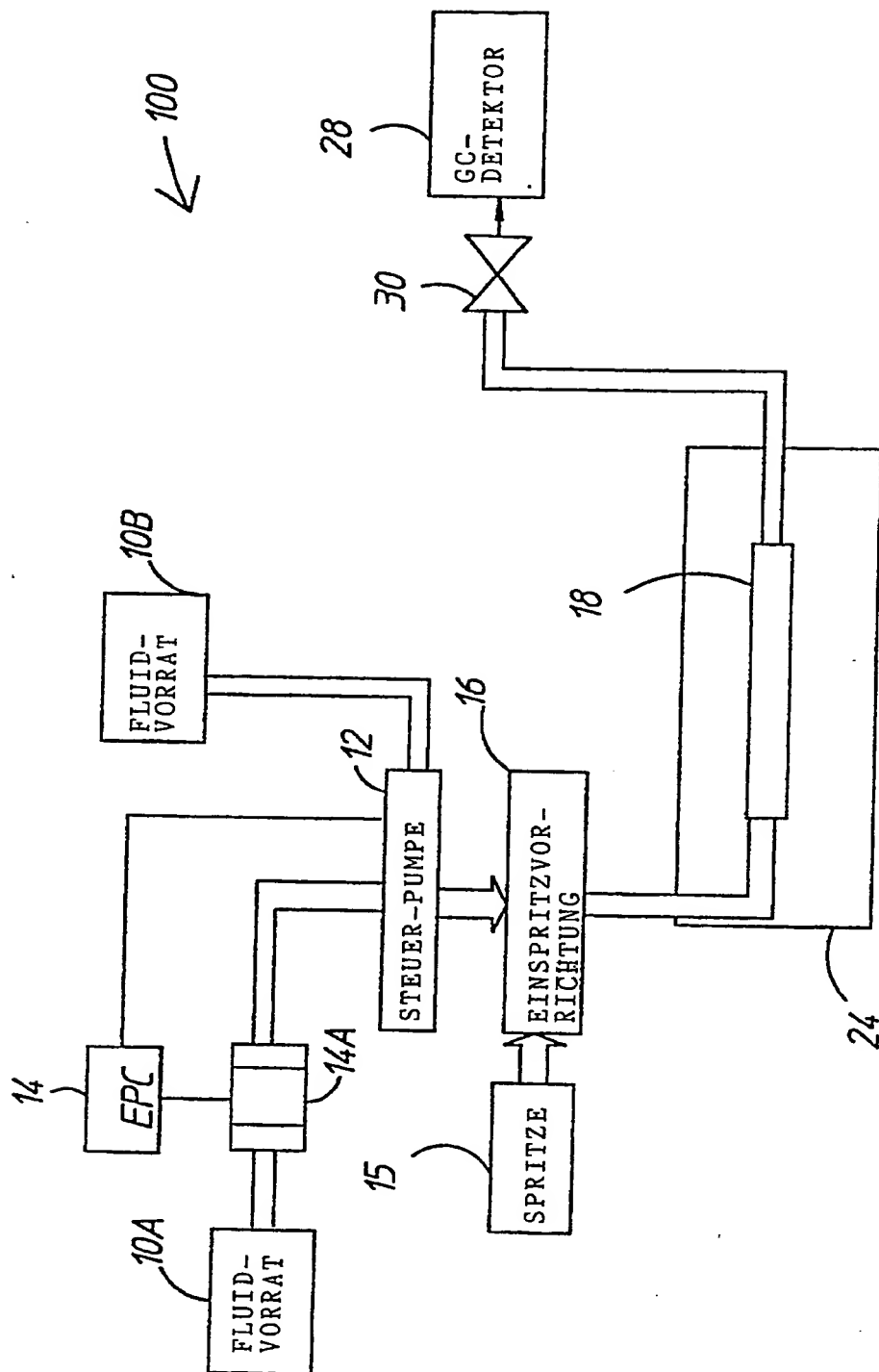


FIG 2A

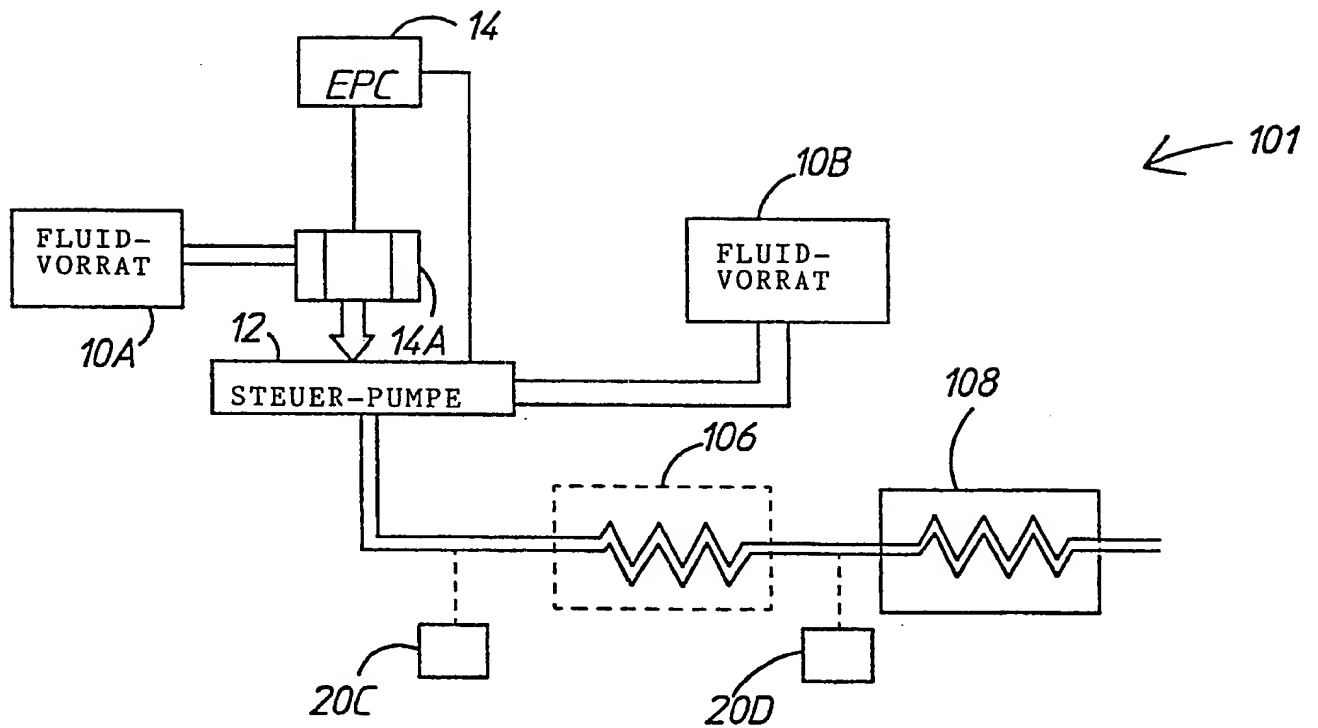


FIG 2B

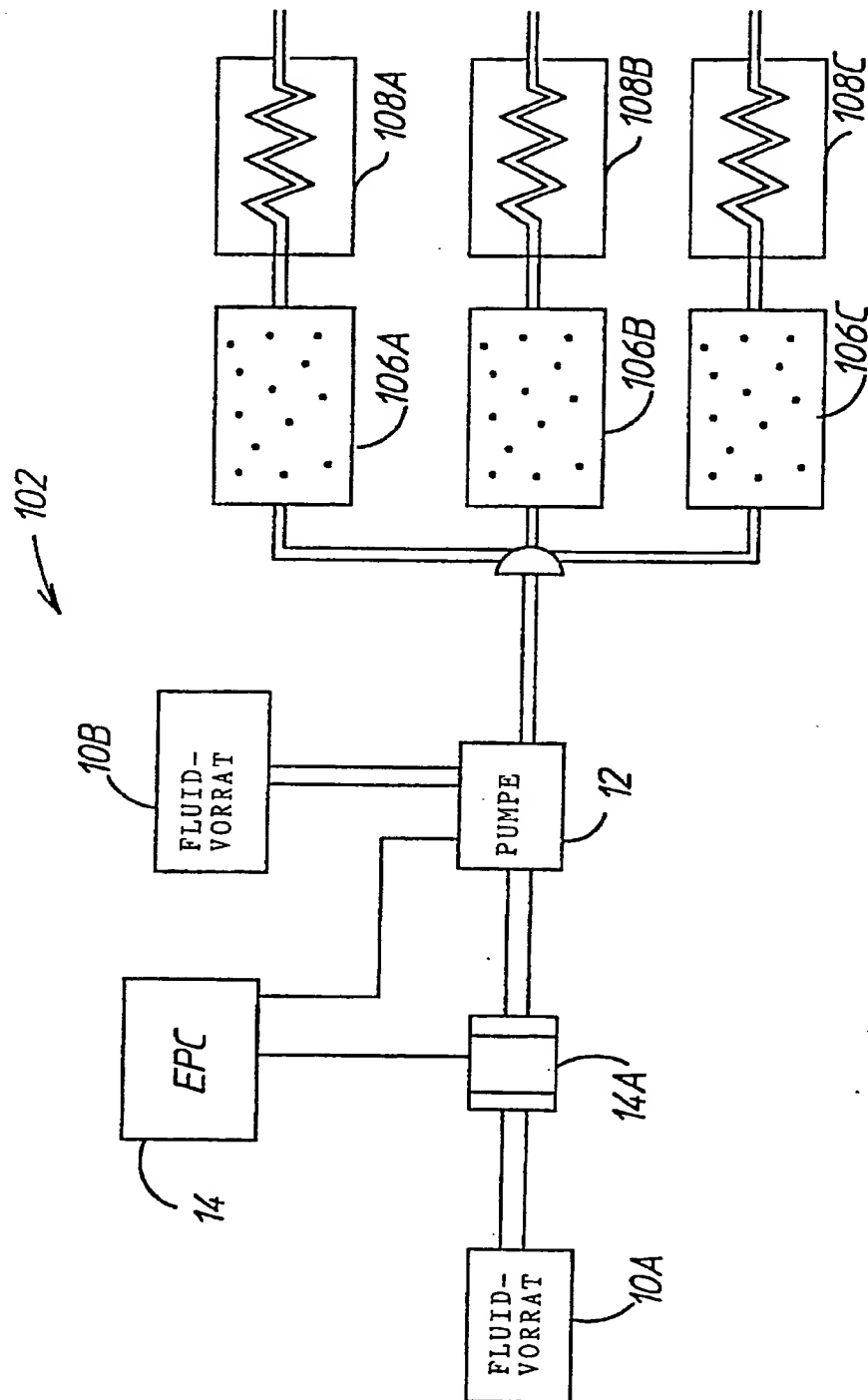


FIG 2C

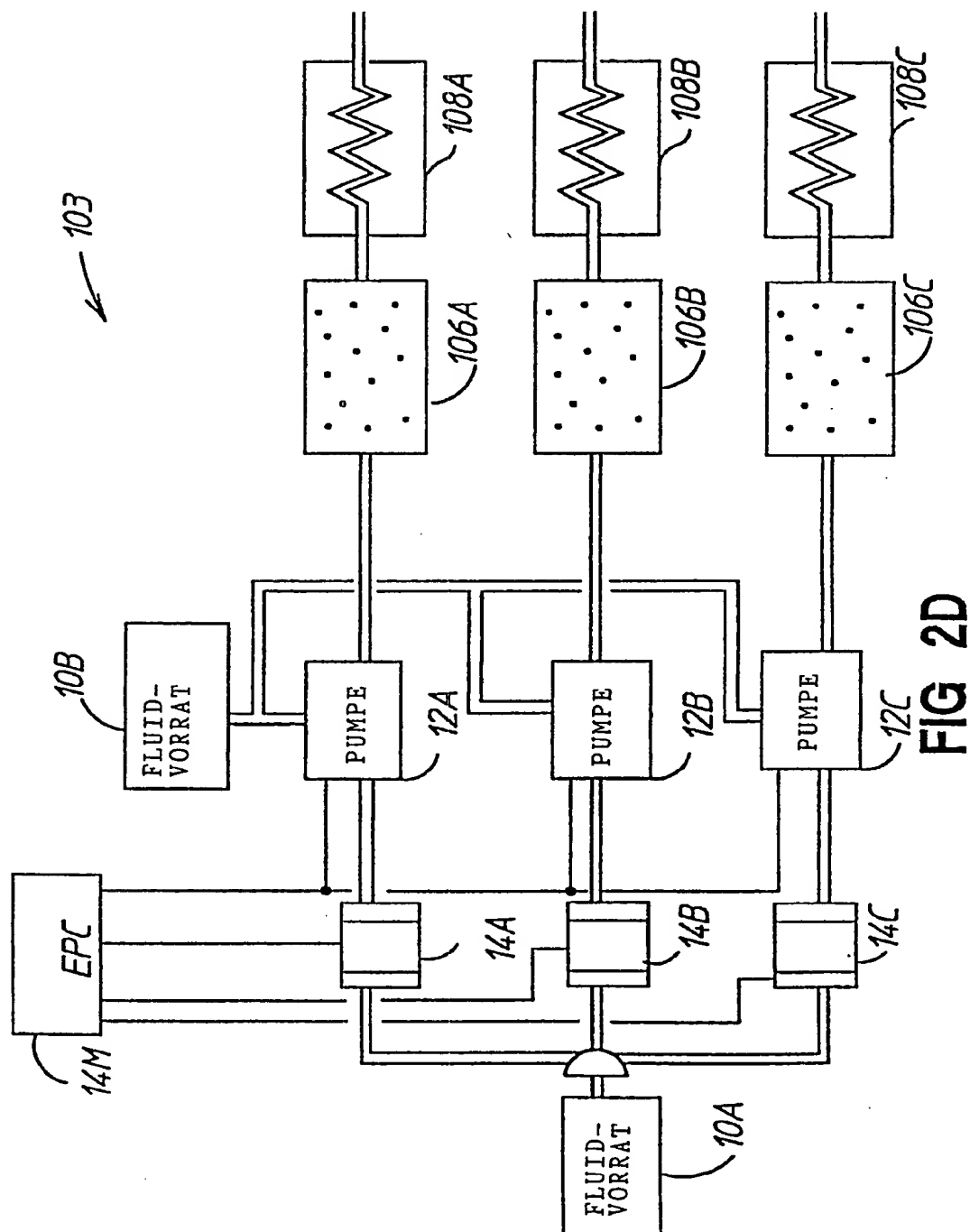


FIG 2D

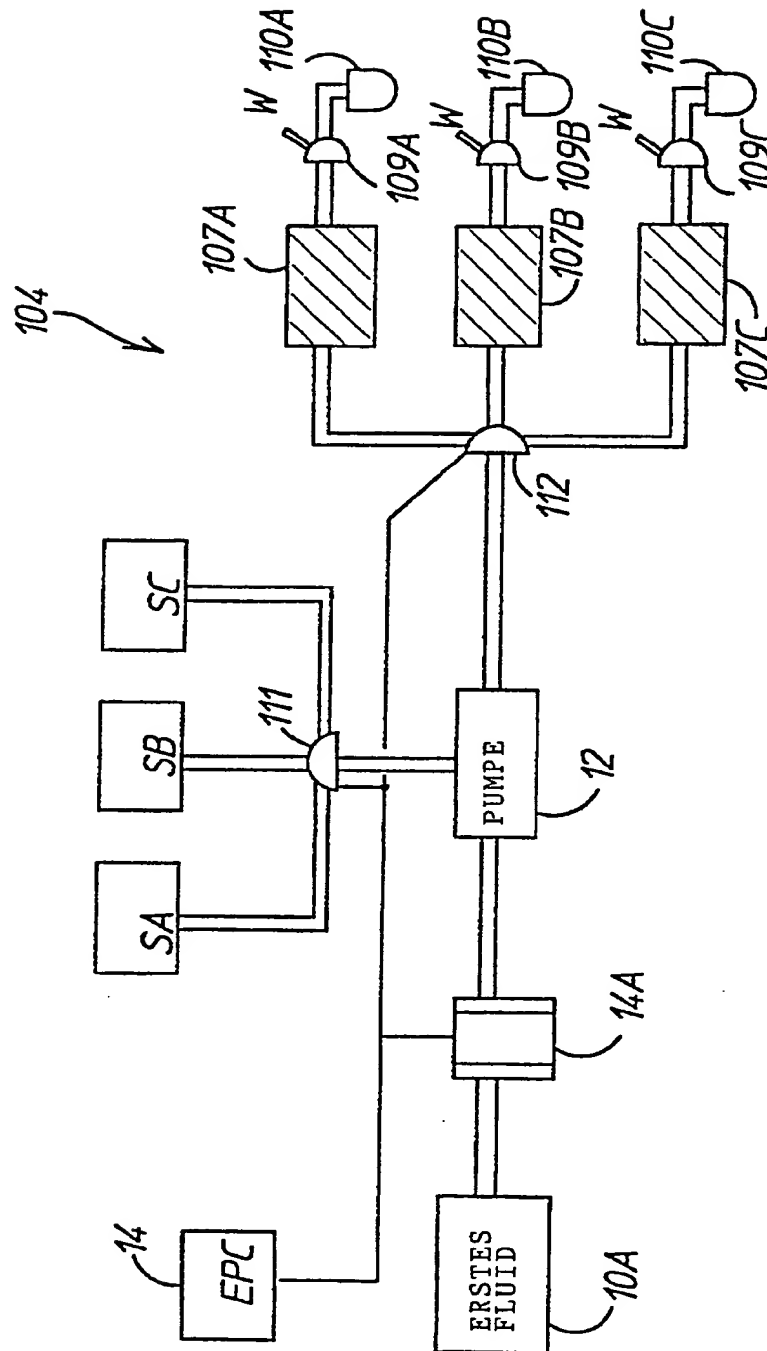
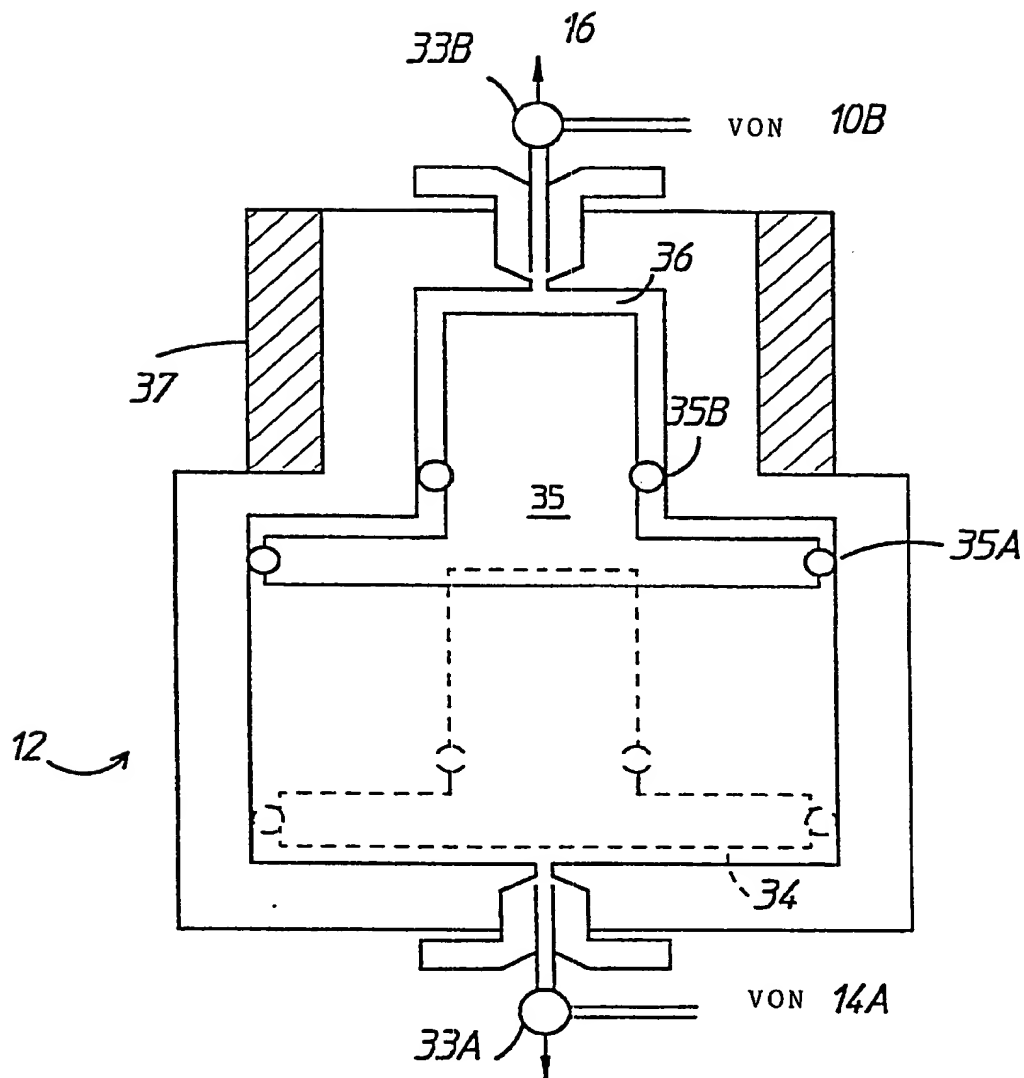


FIG 2E



14

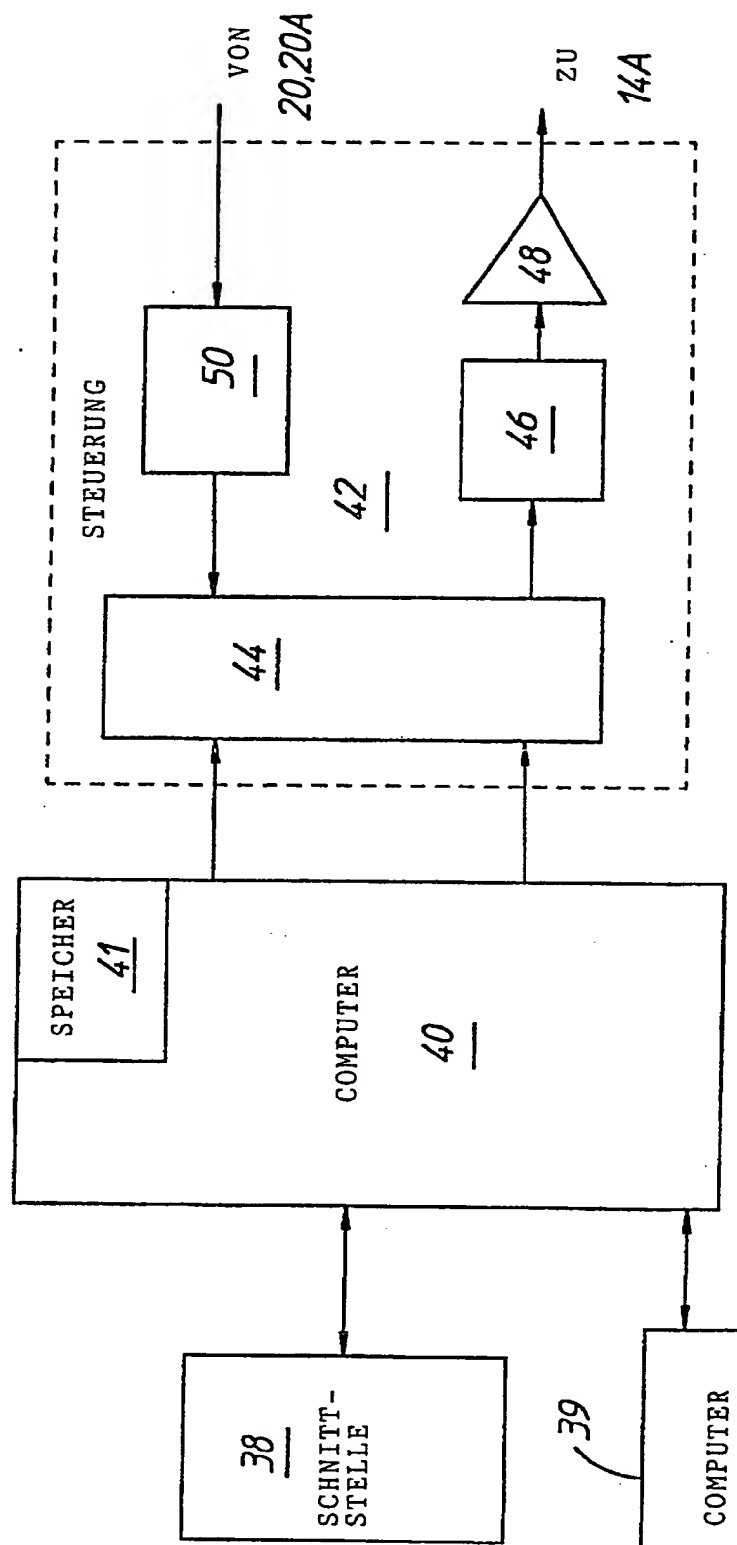


FIG 4